Xcalibur Gemini

EXPERTO EN SISTEMAS ESPECIALIZADOS EN PEQUEÑAS MOLECULAS

The Measure of Confidence

Agilent Technologies

El sistema experto Xcalibur E

Perfecto para los cristalógrafos expertos

Xcalibur E es un difractómetro especializado para los laboratorios de cristalografía química modernos y la opción más popular para la cristalografía de moléculas pequeñas de una sola longitud de onda.

Este sistema suele estar configurado con radiación de molibdeno, pero también está disponible con cobre, e incluye un goniómetro de 4 círculos kappa montado con una fuente de rayos X Enhance de longitud de onda única y el detector CCD Eos. Gracias a la incorporación del detector CCD más rápido y sensible del mercado, Xcalibur E se convierte en el difractómetro perfecto tanto para las determinaciones de estructura de cristal rutinarias convencionales como para los estudios de densidad electrónica de alta resolución más complicados.

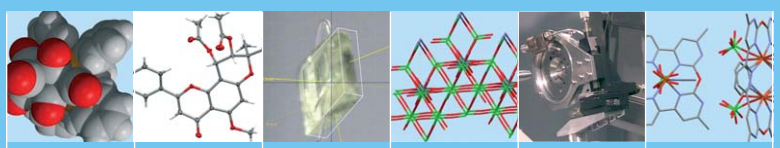
Goniómetro Xcalibur E con fuente de rayos X Enhance y CCD Eos

Actualizable

Teniendo en cuenta que las necesidades futuras de la investigación pueden evolucionar, Xcalibur E ha sido diseñado para que pueda actualizarlo con un sistema Gemini de doble longitud de onda añadiendo una segunda ampliación o una ampliación Ultra con una fuente de rayos X de alta intensidad.

Goniómetro Gemini E con doble fuente de rayos X Enhance (Mo y Cu)

Aplicaciones



Service | Absolute Structure | Absorbing Materials | Extended Inorganics | High pressure | Disorder

El sistema especializado Gemini A Ultra

Ideal para la investigación cristalográfica especializada

Gemini es el sistema de doble longitud de onda más popular del mundo y resulta ideal para los investigadores cristalográficos especializados y para los laboratorios de servicio centralizados.

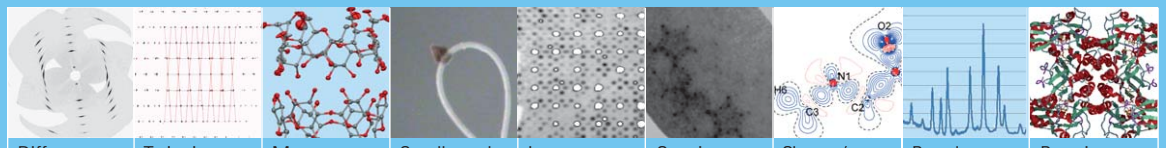
La última generación de Gemini, el modelo Gemini A Ultra, combina el detector CCD Atlas de Agilent, rápido, de alto rendimiento y con una amplia área activa (Ø135 mm), con fuentes de rayos X Enhance de Mo y Enhance Ultra de Cu, montadas conjuntamente en un solo goniómetro de 4 círculos kappa.

La fuente de Mo Enhance resulta ideal para los experimentos rutinarios con moléculas pequeñas, mientras que la Enhance Ultra de Cu de alta intensidad es más adecuada para el estudio de cristales más pequeños con baja difracción.

El sistema Gemini A Ultra combina velocidad, doble longitud de onda, alta sensibilidad y una amplia área activa, por lo que resulta extremadamente versátil y se puede utilizar para un amplio abanico de aplicaciones estándar y especializadas en el campo de la cristalografía de moléculas pequeñas y proteínas.

Gemini A Ultra con Enhance (Mo) (parte delantera izquierda), Enhance Ultra (Cu) (parte trasera izquierda) y CCD Atlas (derecha)

Aplicaciones



Diffuse scatter	Twinning	Macro-molecules	Small weak crystals	Incom-mensurate	Quasi-crystals	Charge / electron density	Powders	Proteins

Xcalibur y Gemini

El sistema

Xcalibur E y Gemini A Ultra se suministran como sistemas de difracción de monocristal listos para ser utilizados. Cada sistema ocupa una superficie aproximada de 1 m^2 (sin incluir la unidad de refrigeración) y está protegido por una cabina a prueba de radiación con bloqueo completo y ventanas con recubrimiento de plomo. En la base del sistema se encuentra la interfaz del sistema, los generadores de rayos X controlados por software y la unidad de refrigeración CCD compacta.

Gemini A Ultra también incorpora dos generadores independientes de rayos X de alto voltaje refrigerados por aire. El modelo Xcalibur E solo dispone de uno de estos generadores. Sin embargo, Xcalibur E está totalmente preparado para incorporar en el futuro un sistema de doble longitud de onda.

Gemini A Ultra y Xcalibur E se suministran con un ordenador de control del sistema autónomo, una pantalla LCD y una unidad de refrigeración por agua del tubo de rayos X.

El ordenador de control del sistema incluye el potente software de recopilación, reducción y procesamiento de datos de Agilent, CrysAlis^{Pro}, que se puede ampliar para incluir la solución de estructura y el refinamiento automáticos a través del software opcional AutoChem.

Sistema Gemini A Ultra completo con refrigerador de rayos X externo

Fuentes de rayos X de longitud de onda única y doble

Goniómetro kappa

Uno de los pilares de los sistemas Xcalibur E y Gemini A Ultra es el goniómetro de 4 círculos kappa, que proporciona unos datos Mo y Cu con una resolución angular extremadamente alta que satisface y supera significativamente los requisitos de publicación de los boletines de la Unión Internacional de Cristalografía (IUCr).

Para facilitar el montaje y la alineación de las muestras, el goniómetro incorpora un deflector de haz giratorio y un videomicroscopio con una magnificación de 120x vinculado a una pantalla LCD exclusiva del sistema.

Fuente de rayos X con una longitud de onda

Fuente de rayos X Enhance

La fuente de rayos X Enhance de una sola longitud de onda puede ser con radiación de molibdeno o de cobre y viene prealineado de fábrica para proporcionar la máxima intensidad. Este diseño patentado y fácil de utilizar incluye:

- Un tubo de rayos X cerámico de foco LF (2,2 – 3 kW).
- Rápido obturador de rayos X integrado.
- Monocromador prealineado.
- Colimadores monocapilares (disponibles de 0,3 a 1,0 mm).

El soporte del detector de eje Theta, motorizado y controlado por software, aloja todos los CCD de Agilent y permite ajustar la distancia entre la muestra y el detector de manera rápida y sencilla para adecuarla a cada experimento.

Dispositivos criogénicos opcionales

En los sistemas Xcalibur E y Gemini A Ultra caben todos los principales dispositivos de refrigeración de muestras, incluido el dispositivo de nitrógeno líquido (90-490 K) y el dispositivo de helio líquido Helijet (<10-90 K) de Agilent.

Fuente de rayos X con doble longitud de onda

Fuentes de rayos X Enhance (Mo) (parte delantera) y Enhance Ultra (Cu) (parte trasera) montadas en conjunto

La fuente Enhance Ultra patentada, montada conjuntamente con una fuente Enhance de molibdeno, combina un tubo de cerámica y cobre con una óptica multicapa de última generación para proporcionar un haz de ra yos X de alta intensidad.

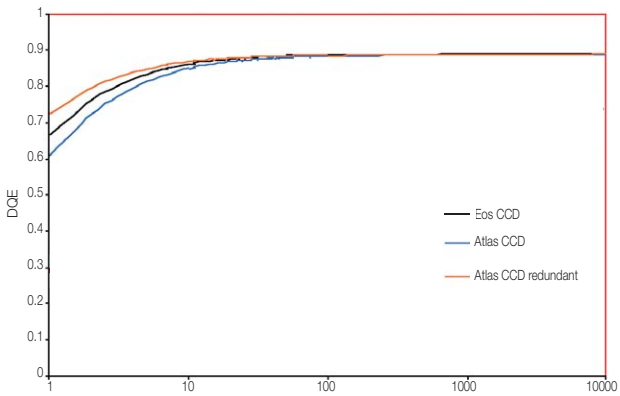
- Tubo sellado de Cu de 2,2 kW.
- Tamaño de haz aproximado de 300 micras.
- Datos comparables con un ánodo rotatorio de 5 kW con óptica.
- Óptica multicapa de rayos X.

Detectores CCD

Agilent Technologies, anteriormente Oxford Diffraction, fabrica y comercializa detectores CCD desde 1992. Como expertos en el diseño y la fabricación de CCD, con una tecnología de montaje patentada, todos los detectores que diseñamos han sido especialmente creados para la difracción de rayos X como parte de un difractómetro completo.

A la hora de diseñar un detector CCD moderno para el cristalógrafo experimental de hoy en día, hay que tener en cuenta unos cuantos factores clave, que deberían considerarse globalmente y no por separado, puesto que el detector es un conjunto de componentes y no solo un chip CCD. Estos factores son:

Velocidad: el "tiempo de imagen a imagen" o el "ciclo de trabajo" es el tiempo real que se tarda en leer el chip CCD, digitalizar los datos y escribir la información en el dispositivo de almacenamiento. Este tiempo de ciclo suele ser significativamente más largo que el tiempo de lectura del chip que especifican la mayoría de fabricantes. El ciclo de trabajo de los detectores Atlas y Eos de Agilent dura solo 0,28 segundos con la modalidad de 512 x 512 píxeles, es decir, solo 0,13 segundos más que el tiempo de lectura del chip, lo cual los convierte en los detectores CCD más rápidos del mercado.



Comparación de la eficacia cuántica de detección (DQE)

Sensibilidad: la eficacia cuántica de detección (DQE por las siglas en inglés) del detector es la capacidad de medir señales (reflexiones) por encima del nivel del fondo. Como se puede observar en el gráfico que compara la DQE con el número de fotones de rayos X de una reflexión, los detectores CCD de Agilent alcanzan un nivel elevado de DQE, que varía entre 0,6 y 0,85 (con un límite de 1,0), dependiendo de la fuerza de la señal y, por lo tanto, ofrecen una sensibilidad extraordinaria tanto para medir señales de mayor como de menor intensidad.

Ganancia: el porcentaje de conversión de fotones de rayos X a electrones se denomina ganancia. En general, cuanto más alta sea la ganancia, mejor, puesto que indica que la conversión de fotones de rayos X a electrones es mayor. Los modelos Eos y Atlas de Agilent, con ganancias Mo de 330 y 180 e-/rayo X, respectivamente, ofrecen las ganancias más altas del mercado actual.

Precisión: este concepto hace referencia a la precisión de conversión de cada imagen de rayos X en una señal digital. Las imágenes y las señales de cada imagen se dividen en bloques de datos "bits". Cuanto mayor sea el número de bits con conexión fija (no software), mayor será el número de bloques de datos digitalizados y, por lo tanto, mayor la precisión de los datos recopilados. Con 18 bits de conexión fija, Atlas y Eos son los detectores CCD de mayor precisión del mercado.

Atlas

El CCD Atlas ofrece una combinación óptima de gran tamaño de área activa (Ø135 mm) y sensibilidad del detector. Es la opción ideal para recopilar datos de alta calidad con la mayor rapidez, utilizando radiación Mo y, sobre todo, Cu, cuando los datos de moléculas pequeñas suelen estar dispersos en el espacio recíproco.

- Diámetro del área activa: 135 mm
- Velocidad: 0,28 s (ciclo de trabajo)
- Sensibilidad: 40 % o superior
- Ganancia: 180 e-/rayo X (Mo)
- Precisión: 18 bit (conexión fija)
- Bajo nivel de ruido

Eos

El detector CCD Eos combina la ganancia más elevada (330 e-/rayo X) que existe con la mayor precisión y la velocidad de ciclo de trabajo más alta del momento. Eos es el detector CCD más sensible que existe en estos momentos y es la opción más indicada para las aplicaciones de molibdeno de longitud de onda única.

- Área activa: diagonal de 92 mm
- Velocidad: 0,28 s (ciclo de trabajo)
- Sensibilidad: 40 % o superior
- Ganancia: 330 e-/rayo X (Mo)
- Precisión: 18 bit (conexión fija)
- Bajo nivel de ruido

Rango dinámico: este concepto describe la capacidad de un sistema para medir señales fuertes y débiles simultáneamente en el mismo rango. Se define como la capacidad total de los pocillos sobre el ruido total. En el caso de los detectores Atlas y Eos, el intervalo dinámico es ≥50.000, que equivale o supera el de cualquier otro detector CCD.

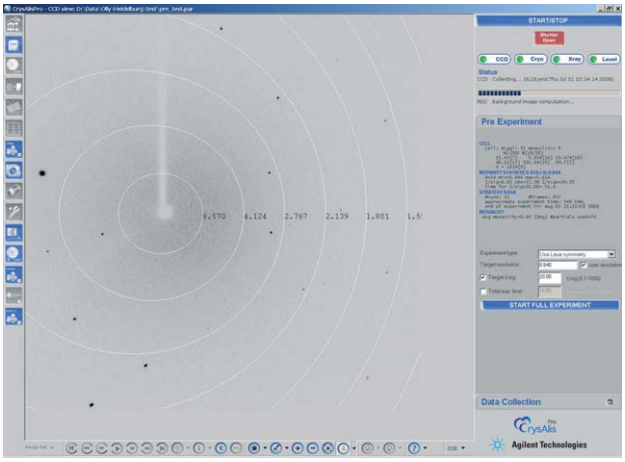
Bajo nivel de ruido: el ruido de un detector CCD es una combinación del ruido de lectura del chip CCD, el ruido combinado de los componentes electrónicos del detector y el ruido de corriente oscura. La corriente oscura suele ser insignificante, y para la cristalografía rutinaria de moléculas pequeñas, en la cual los tiempos de exposición son considerablemente inferiores a 20 minutos, el nivel de corriente oscura es tan bajo que se puede ignorar. Por lo tanto, el ruido del detector solo hace referencia al ruido de lectura y al ruido de los componentes electrónicos. Todos los detectores de Agilent se fabrican con chips CCD de bajo nivel de ruido y se optimizan con componentes electrónicos con niveles de ruido muy reducidos.

Software CrysAlis^{Pro}

Xcalibur incluye CrysAlis^{Pro}, el software de recopilación y procesamiento de datos inteligente de Agilent para la cristalografía de moléculas pequeñas y proteínas. CrysAlis^{Pro} ha sido diseñado a partir de una interfaz de usuario gráfica muy fácil de utilizar y puede funcionar de modo automático, semiautomático o manual.

Identificación automática del cristal

Los módulos de software de identificación automática del cristal, recopilación de datos y estrategia son los pilares de CrysAlis^{Pro}. Para un cristal típico, se registra un experimento previo corto con una duración inferior a 5 minutos para evaluar la calidad del cristal. A partir de la primera imagen de datos, CrysAlis^{Pro} evalúa automáticamente la calidad del cristal y proporciona al usuario información sobre la celda elemental, la estimación de intensidad por intervalo de resolución y del tiempo de exposición de una toma para la recopilación total de los datos.



Interfaz gráfica principal de usuario de CrysAlis^{Pro}

Software estratégico más rápido

Después del experimento previo, el sofisticado software estratégico de CrysAlis^{Pro}calcula automáticamente cuáles son las condiciones óptimas para recopilar los datos y conseguir información completa y de gran calidad con la mayor rapidez posible. No se utilizan estrategias predefinidas, sino que todas las estrategias se calculan en función de la orientación específica del cristal y la celda elemental. El usuario tiene el control absoluto para optimizar la estrategia para una gran variedad de objetivos, incluidos la multiplicidad, el tiempo y la resolución. Además, también se pueden aplicar distintas limitaciones y restricciones. Los cálculos estratégicos son extremadamente rápidos y eficaces y permiten al usuario adaptar rápidamente las condiciones de recopilación de datos con radiación Mo o Cu.

Los experimentos también se pueden diseñar para recoger datos automáticamente a varias temperaturas definidas por el usuario (comunicándose con cualquier dispositivo criogénico). Este mismo recurso se puede utilizar para llevar a cabo experimentos Cu y Mo de manera consecutiva en sistemas Gemini.

Reducción de datos automática y simultánea

La reducción y el procesamiento de los datos se inicia automáticamente cuando empieza el proceso de recopilación de datos, y el sistema utiliza rutinas inteligentes que ajustan los parámetros para conseguir datos de la mejor calidad posible. La reducción de datos se produce simultáneamente con la recopilación y, por lo tanto, los datos procesados siempre están disponibles y en la pantalla se puede consultar información en tiempo real sobre su calidad e integridad.

Corrección de absorción inteligente

Como parte de la reducción y el procesamiento automáticos de los datos, también se aplica una corrección de la absorción empírica a los datos. Si el usuario lo prefiere, se pueden emplear distintas estrategias de absorción alternativas a los datos, como la indexación, utilizando una película pregrabada del cristal registrado al inicio del proceso de recopilación de datos.

Película de cristal con modelo de corrección de absorción superpuesto

Herramientas cristalográficas especializadas

Además de las rutinas automáticas, CrysAlis^{Pro} incluye cientos de herramientas y funciones especializadas para los cristales no estándar y problemáticos. Entre estas herramientas, a las cuales se puede acceder a través de la interfaz gráfica de usuario o de una interfaz de línea de comando que se puede activar o desactivar en cualquier momento, se incluyen:

- Solución avanzada de celda elemental.
- Visor de espacio recíproco.
- Determinación de grupo espacial.
- Twinning (Maclado).
- Inconmensurables.
- Dispositivo de control remoto (generadores de rayos X, dispositivos criogénicos).
- Fotografías axiales.
- Alta presión.
- Polvos.
- Imágenes de precesión.

Compatibilidad y licencias de software

CrysAlisPro produce datos automáticamente en formato HKLF y se comunica directamente con OLEX2, SHELX y con paquetes de reducción de datos de terceros, como MOSFLM, DENZO y XDS. CrysAlisPro se ofrece con una licencia para varias ubicaciones y varios usuarios.

AutoChem es el programa más avanzado para la solución de estructura y el refinamiento totalmente automáticos para la cristalografía química.

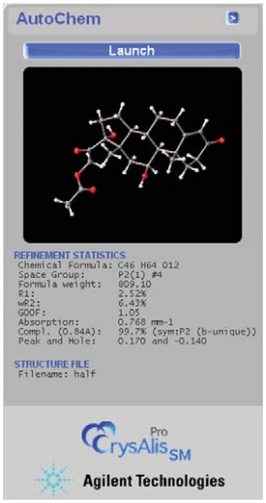
AutoChem, desarrollado exclusivamente para Agilent Technologies por los autores de OLEX2 (Universidad de Durham, Reino Unido), adopta una estrategia totalmente nueva de determinación de la estructura del cristal y está perfectamente integrado en el software CrysAlis^{Pro} de Agilent para proporcionar una solución de estructura en tiempo real y permitir el refinamiento durante el proceso de recopilación de datos.

Desde su lanzamiento en 2006, CrysAlis^{Pro} permite recopilar datos de manera automática y reducir datos simultáneamente. A partir de ahora, utilizando AutoChem, CrysAlis^{Pro} también permite determinar la estructura del cristal. AutoChem funciona continuamente durante el proceso de recopilación de datos y proporciona al usuario información visual en la interfaz gráfica principal de usuario de CrysAlis^{Pro}. Esta información se presenta en forma de un modelo interactivo en 2D de la estructura del cristal, junto con los resultados de refinamiento principales, como el factor R, la bondad del ajuste y el parámetro de estructura absoluta.

Si el usuario quiere revisar la estructura más detalladamente o controlar aspectos de la solución de la estructura, puede abrir la versión completa de OLEX2 en cualquier momento con un plug-in de AutoChem desde CrysAlis^{Pro}. Con OLEX2, el usuario puede revisar todos los aspectos del refinamiento, regresar a cualquier fase del proceso y aplicar los cambios necesarios.

Para estructuras estádares AutoChem permite acelerar notablemente el proceso de solución de estructura, refinamiento y elaboración de informes. AutoChem ha sido desarrollado utilizando más de 2.000 estructuras y ha demostrado que puede determinar la mayoría de estructuras de rutina probadas en menos de 15 segundos, desde la solución hasta el informe final.

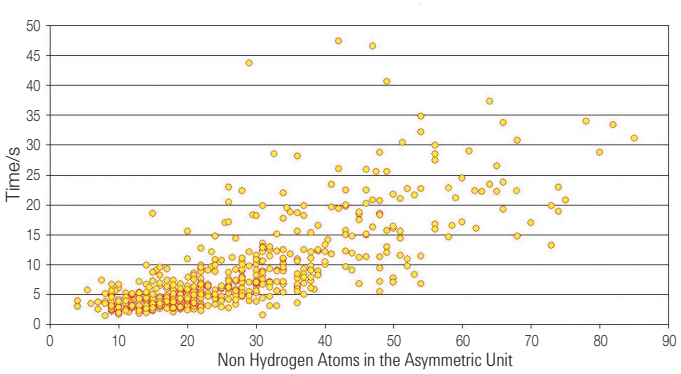
[1] Desarrollado en la Universidad de Durham en colaboración con CCTBX



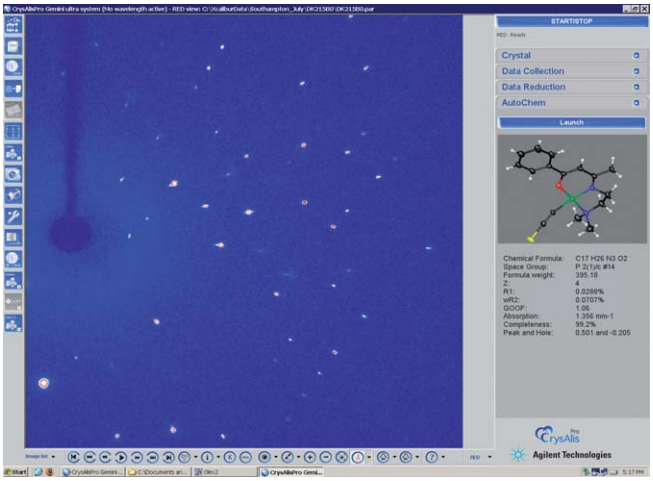
AutoChem Software

Este programa inteligente selecciona el mejor método de solución de estructura (Patterson, métodos directos o alternancia de carga). Utilizando la velocidad y la potencia del refinamiento basado en SMTBX[1] como estándar pero con opciones para SHELX, AutoChem refina la estructura y asigna con precisión los tipos de átomos en función de su geometría. Los átomos se modelan anisotrópicamente cuando los datos lo permite y los átomos de hidrógeno se incluyen en las posiciones geométricas calculadas. A continuación, la estructura se vuelve a etiquetar y refinar completamente, y se genera un informe de la estructura en formato HTML.

- Solución de estructura, refinamiento y generación de informes totalmente automatizados.
- Totalmente integrado con el software de recopilación de datos.
- Desarrollado utilizando más de 2.000 estructuras.
- La mayoría de estructuras de rutina probadas se completaron en menos de 15 segundos.
- Total interacción del usuario e intervención posible en cualquier momento.
- AutoChem es un producto exclusivo de Agilent Technologies.



Tiempo para una resolución de estructura rutinaria y el refinamiento basado en ensayos recientes



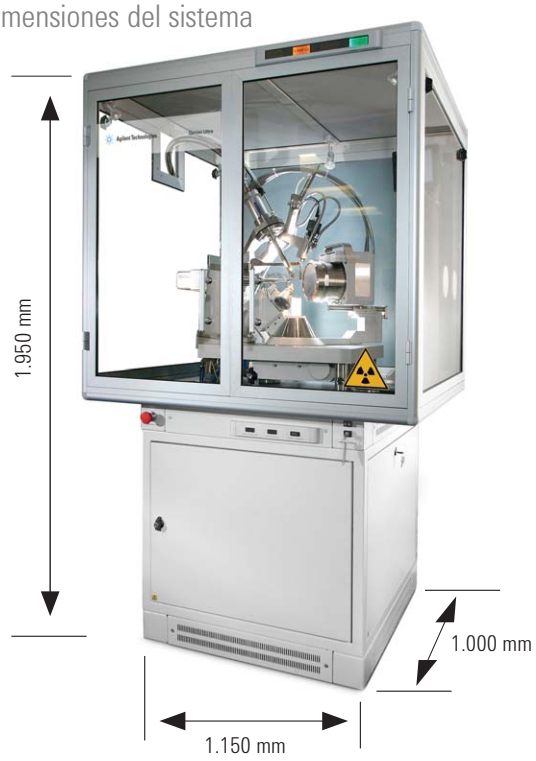
CrysAlis[Pro] con panel informativo AutoChem integrado

Xcalibur Gemini

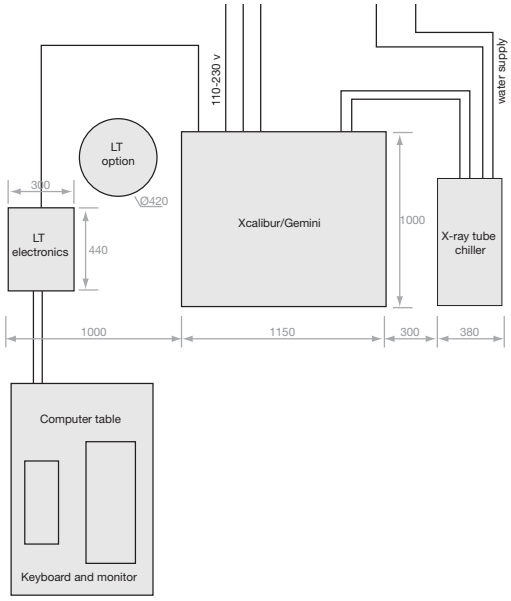
EXPERTO EN SISTEMAS ESPECIALIZADOS EN PEQUEÑAS MOLECULAS

Especificaciones técnicas

Dimensiones del sistema



Configuración sugerida del sistema (en mm)



Requisitos ambientales

Energía	230/110 V ± 10 % 1x 16 A con protección de sobrecarga 1x 32 A con protección de sobrecarga (para cada generador de rayos X)
Suministro de agua	Flujo de 2 l/min necesario/3-5 bar/Rango de temperatura 10 a 20 °C /desagüe necesario
Humedad relativa	<80 % sin condensación
Carga de peso	Capaz de soportar el peso del sistema de ~500 kg en un área de 0,64 m^2
Temperatura	18 – 23 °C

Consulte el manual del usuario del sistema para obtener la información más actualizada y completa sobre los requisitos.

Para obtener más información sobre los productos de rayos X de Agilent Technologies, póngase en contacto con nosotros: **XRDsales@agilent.com**

Europa (Reino Unido):	+44 (0)1865 291600
Norteamérica:	+1 540 443 9272
Latinoamérica:	+1 540 443 9272
Asia Pacífico (Hong Kong):	+852 3197 7777

Para ponerse en contacto con otras oficinas comerciales y distribuidores en todo el mundo, visite nuestra página web: www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.
© Agilent Technologies, Inc. 2010
Impreso en EE.UU. el 7 de diciembre de 2010
SI-2499ES

The Measure of Confidence

Agilent Technologies